

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets

(11)



EP 0 811 664 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
10.12.1997 Bulletin 1997/50

(51) Int Cl. 6: C09D 193/04, C08L 93/04,
A23P 1/08, A23C 19/16,
A61K 9/28

(21) Numéro de dépôt: 97401141.3

(22) Date de dépôt: 26.05.1997

(84) Etats contractants désignés:
BE CH DE DK GB IT LI NL

(71) Demandeur: Société Industrielle des Oleagineux
62053 Saint Laurent-Blangy (FR)

(30) Priorité: 07.06.1996 FR 9607254

(72) Inventeur: Dauthy, Mircea
77186 Noisiel (FR)

(54) Composition d'enrobage et utilisations dans l'industrie alimentaire et dans l'industrie pharmaceutique

(57) Des compositions comprenant 20-80 % de mono-diglycérides d'acides gras, de 3 à 30 % en poids d'ester méthylique de colophane hydrogénée ou de colophane hydrogénée et esterifiée au glycérol et optionnellement des monoglycérides acétylés à 50 % et des mo-

noglycérides acétylés à 70 %, du polyisobutylène (50 000-80 000) et d'autres matières grasses hydrogénées d'origine végétale ou animale, sont utilisables pour enrober par application directe un produit alimentaire ou pour former par imprégnation de feuilles de papier ou de textiles des feuilles d'emballage.

EP 0 811 664 A1

Description

La présente invention concerne des compositions d'enrobage, leurs procédés de préparation et des utilisations de ces compositions.

5 Pour protéger des agressions extérieures les fromages sans croûtes, voire même des fromages à croûtes, il est connu de les revêtir d'une couche plus ou moins épaisse de paraffine colorée ou non. Un tel mode de protection des fromages est décrit par exemple dans le brevet FR 1 453 977.

Il est également connu d'incorporer dans ces couches protectrices un ruban qui en dépasse légèrement et qui, lorsque l'on tire dessus, provoque la déchirure de la couche protectrice. La mise en place de tels rubans est décrite par exemple dans le brevet FR 2 604 340.

Les pellicules de protection mentionnées ci-dessus sont normalement réalisées à base de paraffine. Cependant au cours de ces dernières années, les législations de plusieurs pays tendent à limiter l'utilisation des huiles de paraffine et d'autres dérivés d'hydrocarbures minéraux dans les produits alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques, pour des raisons de santé.

15 Les brevets EP 403 030 et EP 679 337 décrivent des procédés d'enrobage de fromage utilisant des compositions d'enrobage à base de mélanges de monoglycérides, de diglycérides ou de monoglycérides acétylés d'acides gras, d'origine animale ou végétale.

20 Pour l'enrobage de fromages, on utilise fréquemment une technique de trempage en deux étapes, dans laquelle on fabrique une première couche par trempage du fromage dans la composition d'enrobage chauffée et liquéfiée, puis égouttage et refroidissement, puis ensuite une deuxième couche, également par trempage, égouttage et refroidissement. Pour la formation de la deuxième couche, on trempe le fromage déjà revêtu de sa première couche solidifiée dans un deuxième bain de matière d'enrobage fondu, qui peut être identique ou différente du matériau de la première couche.

25 Les compositions connues dans l'état de la technique présentent quelques inconvénients pour la mise en oeuvre de ce procédé : l'épaisseur de la première couche obtenue n'est souvent pas uniforme. En particulier, lors de l'égouttage, il se forme fréquemment ce qu'on appelle "une goutte", c'est-à-dire une surépaisseur locale trop importante au point le plus bas de la pièce de fromage. Le défaut d'uniformité de l'enrobage peut alors se trouver amplifié lors de la formation de la deuxième couche, si le fromage reste dans la même disposition dans le processus de trempage suivant.

30 De plus, certaines compositions de l'art antérieur présentent des défauts à l'ouverture, c'est-à-dire que lorsqu'on tire sur le ruban, la couche d'enrobage se déchire suivant une ligne brisée irrégulière et non suivant une ligne régulière continue au ruban.

Enfin le point de fusion de certaines compositions connues est assez élevé, ce qui impose une consommation d'énergie non négligeable, ces compositions étant mises en oeuvre à l'état liquide, ainsi qu'un risque de détérioration des propriétés organoleptiques des produits alimentaires enrobés.

35 Le but de la présente invention est de remédier à ces inconvénients de l'art antérieur.

Ce but est atteint conformément à l'invention grâce à une composition d'enrobage qui comprend de 20 à 80 % en poids de mono-diglycérides d'acides gras et de 3 % à 30 % en poids d'une substance résineuse choisie parmi les esters méthyliques de colophane hydrogénée et désodorisée, la colophane hydrogénée estérifiée au glycérol et désodorisée, et leurs mélanges.

Les mono-diglycérides d'acides gras peuvent être choisis parmi les produits fabriqués à partir de matières grasses végétales ou animales. Ils peuvent aussi être fabriqués à partir d'acides gras eux-mêmes. De préférence, les acides gras sont l'acide myristique (C14:0), le palmitique (C16:0), le stéarique (C18:0), l'arachique (C20:0) et le bénénique (C22:0).

45 De préférence, les compositions d'enrobage selon l'invention comprennent entre 20 % à 50 % en poids desdits mono-diglycérides, et de 25 % à 70 % en poids d'un ou plusieurs glycérides acétylés choisis parmi les monoglycérides acétylés à 50 % et les monoglycérides acétylés à 70 %.

De manière particulièrement préférée, les compositions contiennent une association de monoglycérides acétylés à 50 % et de monoglycérides acétylés à 70 % et le rapport pondéral monoglycérides acétylés à 50 %/monoglycérides acétylés à 70 % est compris entre 0,6 et 5,7 et de préférence entre 1,4 et 3,8.

50 En plus des substances de base ci-dessus, les compositions selon l'invention peuvent contenir une ou plusieurs substances choisies parmi la lécithine de soja, l'oléine de palme hydrogénée, l'huile de maïs hydrogénée, l'huile de palmiste hydrogénée, les matières grasses végétales hydrogénées et interestérifiées.

Parmi les composants de base, les compositions d'enrobage selon l'invention peuvent également contenir de 10 à 36 % en poids de polyisobutylène d'un poids moléculaire compris entre 10000 et 95000 et de préférence entre 50000 et 80000.

Les compositions d'enrobage selon l'invention sont utilisées de façon particulièrement avantageuse pour l'enrobage des sols.

couche de composition différente.

Les compositions d'enrobage selon l'invention peuvent également être utilisées avantageusement pour la fabrication d'un produit d'emballage en feuilles. Dans cette utilisation, on imprègne un support choisi de préférence parmi les papiers, les cartons, les textiles tissés ou non-tissés d'une composition d'enrobage selon l'invention.

Les compositions d'enrobage selon l'invention peuvent également avantageusement être utilisées pour la protection, à savoir enrobage ou emballage, d'un produit cosmétique ou d'un produit pharmaceutique.

L'invention utilise donc des substances résineuses d'origine naturelle, à savoir des esters méthyliques de colophane hydrogénée et désodorisée et/ou de la colophane hydrogénée estérifiée à la glycérine et désodorisée, associés à des mélanges divers de dérivés de matières grasses végétales et, dans certaines compositions, au polyisobutylène et à la lécithine de soja.

De manière surprenante, l'utilisation des esters méthyliques de colophane hydrogénée et désodorisée et/ou de la colophane hydrogénée estérifiée à la glycérine et désodorisée dans les compositions selon la présente invention permet à celles-ci d'être utilisées pour la protection et l'emballage de produits alimentaires, ces revêtements de protection et emballages ayant une consistance solide ou semi-solide, agréable au toucher et agréable à l'oeil.

La présente invention sera mieux comprise de l'homme du métier grâce à la description détaillée des composants utilisés, de procédés utilisés pour la préparation des compositions selon l'invention ainsi que des exemples d'utilisation. Les dénominations en lettres majuscules identifiant des composés chimiques désignent des marques ou des noms commerciaux.

Les esters méthyliques de colophane hydrogénée et désodorisée utilisés de préférence dans le cadre de l'invention ont comme caractéristiques techniques : une viscosité Brookfield à 25°C sans solvant de 6000 à 8000 m Pa.s ; une masse volumique à 20°C de 1,025g/cm3 ; un point d'inflammabilité supérieur à 170°C ; un indice de réfraction de 1,516 à 1,519 à 20°C ; un indice de saponification de 170 à 176 ; un indice d'acide de 9 mg KOH/g maximum. Etant hydrogénés, ces esters méthyliques de colophane hydrogénée et désodorisée ont une bonne résistance dans le temps ; un traitement de désodorisation leur assure une odeur très faible. On peut utiliser, par exemple, les produits HYDROGRAL M de D.R.T./GRANEL ou HERCOLYN D-E de HERCULES.

La colophane hydrogénée estérifiée à la glycérine et désodorisée utilisée de préférence dans le cadre de l'invention a comme caractéristiques techniques : un point de ramolissement, bille et anneau, de 76°C à 89°C ; un indice d'acide de 3 à 10 mg KOH/g ; une densité à 25°C de 1,06 Kg/dm³. On peut utiliser les références HYDROGRAL G-5 de D.R. T/GRAVEL ou STAYBELITE ESTER 5-E de HERCULES.

Les mono-diglycérides d'acides gras qui font partie des compositions de la présente invention ont de préférence comme caractéristiques techniques : un indice d'iode de 0 à 2,0 g I₂/100 g ; un indice d'acide de 0 à 2,0 mg KOH/g ; un contenu en alpha monoglycérides de 35 à 50 % ; un taux de glycérine libre de 0 à 2,0 % maximum. On peut utiliser un ou plusieurs produits/mono-diglycérides d'acides gras choisis parmi les références suivantes : EMULSIO-45 de S.I.O. ; PANALITE 40 HVK de A.D.M. ARKADY ; GRINDSTED-MONO-DI HT 60 de DANISCO ; RADIAMULS MG 2142 ou RADIAMULS MG 2143 de FINA CHEMICALS.

Les monoglycérides acétylés avec un degré d'acétylation de 50 % utilisés dans les compositions qui font l'objet de la présente invention ont comme caractéristiques techniques : un degré d'acétylation de 48.5 à 51.5 % ; un indice d'iode de 3.0 g I₂/100 g max ; un indice d'acide de 3.0 mg KOH/g max ; un indice de saponification de 278 à 291 ; un indice d'hydroxyle de 133 à 152 ; un point de fusion dans le domaine 41°C à 46°C. On peut utiliser, par exemple, les références RADIAMULS AMG 2050 de FINA CHEMICALS, GRINDSTED ACETEM 50-00 de DANISCO ou AME-50/03 de A.D.M. ARKADY.

Les monoglycérides acétylés avec un degré d'acétylation de 70 % utilisés dans les formulations qui font l'objet de cette invention ont comme caractéristiques techniques : un degré d'acétylation de 66,9 à 69,5 ; un indice d'iode de 3,0 g I₂/100 g max ; un indice d'acide de 3,0 mg KOH/g max ; un indice de saponification de 317 à 330 ; un indice d'hydroxyle de 81 à 94 ; un point de fusion dans le domaine 37° à 40°C. On peut utiliser par exemple les produits suivants : AME-70/03 de A.D.M. ARKADY ; GRINDSTED ACETEM 70-00 de DANISCO ; RADIAMULS AMG 2021 de FINA CHEMICALS.

Les lécithines de soja qui peuvent être utilisées dans les compositions de la présente invention ont comme caractéristiques techniques : un indice d'acide de 20 à 30 mg KOH/g ; un taux d'insolubles dans l'acétone de 32 à 67 %. On peut utiliser, par exemple, les références suivantes : YELKIN 1018 de A.D.M. ou THERMOLEC 68 de A.D.M.

Le polyisobutylène qui peut être utilisé dans la présente invention a comme caractéristique technique propre un poids moléculaire de 10000 à 95000, de préférence entre 50000 et 80000. On peut utiliser, par exemple, la référence VISTANEX LM-MS de EXXON CHEMICALS.

Pour préparer une composition d'enrobage selon l'invention, on utilise de préférence un procédé dans lequel les monoglycérides acétylés à 50 % et à 70 % sont pré-mélangés à une température de 50°C - 60°C pour obtenir un pré-mélange liquide : les mono-diglycérides d'acides gras sont introduits dans une enceinte munie de moyens d'agitation et maintenus à une température de 70°-80°C pendant 25-40 minutes sous agitation : ledit pré-mélange liquide est introduit dans l'enceinte qui est ensuite maintenue sous agitation à une température d'environ 50°-60°C, la substance

résineuse est incorporée progressivement au mélange constitué par ledit pré-mélange et les mono-diglycérides sous agitation jusqu'à obtention d'une composition homogène.

5 Pour préparer une composition d'enrobage selon l'invention incorporant du polyisobutylène, on utilise un procédé dans lequel le polyisobutylène est introduit dans une enceinte munie de moyens d'agitation et maintenue à une température supérieure d'environ 15°C au point de goutte Mettler du composant mono-diglycéride choisi ; les autres composants de la composition d'enrobage sont introduits ensuite, progressivement et sous agitation, dans ledit polyisobutylène de façon à obtenir une composition homogène.

10 A la suite des deux procédés décrits de façon générale ci-dessus, et de façon détaillée dans les trois exemples ci-dessous, la composition homogène est refroidie à température ambiante et mise sous une forme choisie parmi les plaques, les écailles et les pastilles.

Exemple 1 :

15 200 g d'EMULSIO-45 (un mono-diglycéride d'acides gras) sont introduits dans un pétrin avec pales en Z. Le pétrin est chauffé à une température de 74°C à 76°C dans la double enveloppe. 200 g de RADIAMULS AMG 2021 (un monoglycéride acétylé à 70%) et 350 g de RADIAMULS AMG 2050 (un monoglycéride acétylé à 50%) sont associés préalablement dans un prémélange chauffé à une température de 55°C. Le prémélange des monoglycérides acétylés est ensuite transféré dans le pétrin : le pétrin est mis en marche pendant 10 minutes. 100 g d'HYDROGRAL M (un ester méthylique de colophane hydrogénée et désodorisée) sont additionnés au pétrin par petites quantités avec le pétrin en marche. Finalement, 150 g d'oléine de palme hydrogénée sont ajoutés dans le pétrin. La préoccupation principale est de maintenir une incorporation progressive des autres composants dans le prémélange de mono-diglycérides d'une manière continue et homogène. Après un temps total de malaxage de 25 à 35 minutes, le pétrin est vidé de la composition et la composition est mise sous la forme de plaques, écailles ou pastilles.

25 Exemple 2 :

30 230 g de VISTANEX LM-MS (polyisobutylène) sont chauffés à 70°C. Un pétrin à pales en Z est chauffé préalablement à une température de 74 à 76°C dans la double enveloppe. La totalité du VISTANEX LM-MS (230g) est introduite dans le pétrin à l'arrêt. Le pétrin est mis en marche pendant 5 minutes. Avec le pétrin en marche, 360 g d'EMULSIO-45 (un mono-diglycérides d'acides gras) sont introduits progressivement dans le pétrin. Une incorporation progressive du composant mono-diglycérides est nécessaire. Après l'incorporation totale de ce dérivé de matières grasses végétales, 205 g de matières grasses végétales hydrogénées et/ou interestérifiées sont introduits dans le pétrin en marche. L'incorporation de ces matières demande 10 minutes. Après cet intervalle de temps, on introduit dans la masse obtenue 205 g d'HERCOLYN D-E (un ester méthylique de colophane hydrogénée et désodorisée) et on continue le malaxage. Après un temps total de 25 minutes, la masse obtenue étant homogène, on arrête le malaxage et on vide la composition obtenue.

35 Exemple 3 :

40 400 g de RADIAMULS MG 2143 (mono-diglycéride d'acides gras), sous forme d'écailles/flocons/poudre, solide à température ambiante, sont introduits dans un réacteur chimique chauffé à 72°C dans la double enveloppe. Le produit est maintenu sous agitation pendant une période de 25 à 40 minutes. Un mélange liquide à une température de 50°C à 58°C a préalablement été préparé contenant 300 g de GRINDSTED ACETEM 50-00 (monoglycérides acétylés à 50%) et 100 g de GRINDSTED ACETEM 70-00 (monoglycérides acétylés à 70%). Le mélange intermédiaire est maintenu à une température de 55°C pendant 15 minutes sous agitation. 200 g d'un mélange 50%/50% de HYDROGRAL M et de HERCOLYN D-E préalablement chauffé à 38°C est introduit dans le réacteur. La composition est maintenue en agitation à une température de 55°C à 58°C pendant 20 minutes. La composition finale est transférée dans une cuve de stockage : ensuite cette composition finale objet de l'invention est mise sous la forme de plaques, écailles ou pastilles.

50 Les tableaux n°01 à 05 donnent quelques exemples de compositions selon l'invention.

Le tableau n°06 montre la teneur en solide ou "solid fat index" en pourcent des compositions A1 du tableau 01 et C2 du tableau 03, déterminée par résonance magnétique nucléaire à basse résolution selon la méthode IUPAC 2.150.a

Le point de goutte Mettler de la composition A1 est de 47.8°C et celui de la composition C2 est de 47.6°C.

55 Les compositions d'enrobage, objet de la présente invention, présentent en général un point de goutte Mettler bas, de l'ordre de 48 à 52°C. Ces valeurs sont inférieures au point de goutte Mettler des formulations ternaires et quaternaires indiqués dans le tableau C du document EP 403 030.

Le fait que les compositions d'enrobage objet de la présente invention présentent en général un point de goutte Mettler bas permet leur utilisation à des températures du bain de trempage de l'ordre de 58° à 60°C seulement, voire

moins, ce qui représente une économie d'énergie.

Les compositions selon la présente invention sont évaluées en vue de déterminer leur aptitude à enrober des fromages selon des tests, utilisés dans les essais pilotes des industries fromagères, très proches des procédés industriels d'enrobage. Le mode opératoire pour l'enrobage de fromage à pâte semi-dure de forme dite "ronde", avec un ruban d'ouverture est le suivant :

- I - les fromages sont tempérés à 17-19°C pendant 4 heures.
- II - on effectue leur trempage dans un premier bain d'une composition d'enrobage maintenue à une température de 53°-54°C. Le fromage est trempé pendant 1-2 secondes.
- III - le fromage est retiré du bain et mis à égoutter pendant 4 à 5 secondes à température ambiante de 20° à 22°C. Pendant l'égouttage, la première couche d'enrobage se solidifie.
- IV - on procède au trempage dans un deuxième bain pendant 1 à 2 secondes. La composition du deuxième bain peut être identique à celle du premier bain ou différente.
- V - le fromage est retiré du bain et mis à égoutter pendant 4 à 5 secondes à température ambiante de 20° à 22°C. Pendant l'égouttage, l'enrobage se solidifie.
- VI - on procède ensuite à une trempe froide par immersion dans de l'eau ayant une température de 6 à 8°C pendant 5 à 6 secondes.
- VII - les fromages enrobés sont ensuite laissés à température ambiante pendant 10 minutes, ce qui correspond à la durée moyenne des opérations de conditionnement.
- VIII - les fromages sont ensuite stockés au frais à une température entre +4 et +8°C.

Les propriétés physiques, mécaniques et visuelles des compositions d'enrobage sont évaluées :

- 1) sous forme de plaques, avant leur utilisation en tant que bain de trempage.
- 2) sous forme de fromage enrobé avant l'ouverture,
- 3) leur comportement en cours d'ouverture,
- 4) leur état après l'ouverture.

Les tableaux 7, 8 et 9 présentent les performances de plusieurs compositions suivant l'invention, les appréciations attribuées représentant la moyenne des valeurs d'une cinquantaine d'essais.

Les compositions d'enrobage selon la présente invention peuvent être utilisées indifféremment comme première couche de protection, suivie d'autres couches de même nature ou de nature différente ou comme couches extérieures.

Les essais exposés ci-dessous montrent que les compositions selon la présente invention peuvent être utilisés pour fabriquer un produit d'emballage en feuilles pouvant être substitué au produit bien connu sous le nom de "papier paraffiné".

Exemple 4 : fabrication d'un papier impréané sur une face

La composition utilisée est un mélange, à 0,7 part en poids de la composition A6 pour une part en poids de la composition A5 du tableau 1. La composition de ce mélange est donc :

- mono-diglycérides à 45% : 30%
- monoglycérides acétylés distillés à 70% : 19%
- monoglycérides acétylés distillés à 50% : 41%
- résine ester méthylique de colophane : 10 %

Cette composition est maintenue à une température de 65°-70°C dans un récipient plat, telle qu'une barquette métallique.

On fait glisser une feuille de papier sur la surface de la composition : on laisse le papier et la composition en contact pendant 3-4 secondes. On retire le papier et on le maintient en position verticale pour permettre l'égouttage pendant 12 à 15 secondes.

Exemple 5 : fabrication d'un papier impréané double face

On utilise la même composition que dans l'exemple précédent. On plonge la feuille de papier dans la composition, en l'y maintenant pendant 3-4 secondes. On retire le papier et on le laisse s'égoutter pendant 20 à 25 secondes.

Les feuilles de papier imprégnées selon les procédures des exemples 4 et 5 sont testés selon les essais ci-dessous. Les tests sont effectués après une conservation de deux mois des papiers fabriqués selon les exemples 4 et 5.

- 1) Grammage : on détermine le poids du papier avant et après imprégnation, en grammes par mètre carré.
- 2) Test d'enroulage : on enroule une feuille de papier imprégné de dimensions 8 x 15 cm sur un cylindre ayant un diamètre de 7 mm. On considère que l'échantillon est parfait quand il s'enroule facilement, sans modification de son aspect extérieur, c'est-à-dire sans écaillage et sans trace de pliage.
- 5 3) Test de pliage : on plie et on déplie la feuille de papier imprégné une dizaine de fois. On considère qu'un échantillon est "très bon" s'il résiste à ce test, avec un écaillage minime.
- 4) Test d'écaillage : on soumet la feuille de papier imprégnée à un froissement manuel intensif et on évalue l'aspect visuel de la feuille de papier après dépliage.
- 10 5) Test de résistance au froid : on conserve la feuille de papier imprégné au réfrigérateur à environ + 5°C pendant 72 heures. A la sortie du réfrigérateur, on effectue le test n°2 d'enroulage sur un cylindre de 7 mm.

Les résultats des tests sont donnés dans le tableau 10.

Les avantages et propriétés remarquables des compositions selon l'invention sont illustrées par les résultats d'essais exposés ci-dessus et résumés dans les tableaux n°07 à 10.

15 Ils montrent que les compositions selon l'invention peuvent être utilisées pour enrober un produit alimentaire en appliquant directement la composition sur ledit produit alimentaire et que ces compositions peuvent également servir à l'emballage d'un produit alimentaire en appliquant la composition sur un support auxiliaire, telle qu'une feuille de papier, et en se servant du produit en feuille ainsi fabriqué pour emballer le produit alimentaire.

20 L'opération d'enrobage peut être réalisée non seulement par trempage, mais aussi par aspersion ou par badigeonnage.

Les compositions d'enrobage selon la présente invention sont compatibles avec d'autres matières pour la protection et/ou l'emballage de produits alimentaires, pharmaceutiques ou cosmétiques, ce qui permet une utilisation en association avec d'autres matières de protection ou d'emballage d'origines diverses.

25 Elles sont exemptes d'hydrocarbures minéraux et des dérivés d'hydrocarbures minéraux, en accord avec les tendances réglementaires et administratives actuelles.

30

35

40

45

50

55

TABLEAU 01

	A1	A2	A3	A4	A5	A6
Mono-diglycérides à 45%	30	30	20	30	30	30
Mono-diglycérides acétylés distillées à 70%	13		20	15	25	10
Mono-diglycérides acétylés distillées à 50%	50	45	35	45	35	50
Résine ester méthylique de colophane	7	25	10	10	10	10
Oléine de palme hydrogénée			15			

TABLEAU 02

	B1	B2	B3	B4	B5	B6
Mono-diglycérides à 45%	52	72				
Mono-diglycérides à 60%	29.5	..	63.8	69	72	80.6
Huile de maïs hydrogénée et interestérifiée			11.4	10		
Lécithine de soja	4.6					4.9
Résine ester méthylique de colophane	13.9					..
Mé lange ester méthylique de colophane hydrogénée et désodorisée et de colophane hydrogénée estérifiée à la glycérine et désodorisée		28	24.8	21	28	14.5

TABLEAU 03

	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10
Mono-diglycérides à 45%	25	30	25	26	25	23	26.1	27.6	21	40
Monoglycérides acétylés à 70%	15	15	15	18	7		8.7	15	20	10
Mono-diglycérides acétylés à 50%	50	50	40	41	39	47	49.7	50	34	30
Résine ester méthylique de colophane	10	5	20	15	14	30	15.5	7.4	12	20
Oléine de palme hydrogénée						15			13	

TABLEAU 04

	D1	D2	D3	D4	D5	D6	D7	D8	D9	D10
Mono-diglycérides à 45%	45	38	50	42.4	38	44	20	26	27	26
Monoglycérides acétylés à 70%										18
Monoglycérides acétylés à 50%	29	40	25	36.2	32	34	65	41	42	41
Résine ester méthylique de colophane	26	22	14	11.7	10	22	15	33	15	15
Oléine de palme hydrogénée					11	9.7	10		16	
Huile de maïs hydrogénée et interestérifiée							10			

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

TABLEAU 05

	E1	E2
Mono-diglycérides ≥ 45%	36	36
Polyisobutyène	23	23
Résine éster méthylique de colophane	20.5	20.5
Matières grasses végétales hydrogénées		20.5
Matières grasses hydrogénées et interestérifiées	20.5	

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

TABLEAU 06

	TEMPERATURES	0°C	10°C	15°C	20°C	25°C	30°C	35°C	40°C
A1	1ERE LECTURE	86,58	83,86	81,74	78,60	73,32	64,51	44,35	25,63
A1	2EME LECTURE	86,82	84,08	81,78	78,60	73,23	64,80	44,27	29,50
A1	MOYENNE	86,70	83,97	81,76	78,60	73,28	64,66	44,31	29,61
C2	1ERE LECTURE	87,54	83,88	82,84	79,64	74,58	65,69	44,29	28,77
C2	2EME LECTURE	87,63	84,40	82,61	79,58	74,59	65,58	44,41	28,39
C2	MOYENNE	87,60	84,64	82,73	79,61	74,58	65,64	44,35	28,58

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

TABLEAU 07

	A1	A2	A4	A5	A6
1 - Evaluations de la composition en plaques, avant utilisation					
1.1 Test "découpe au couteau	très bon	cassant	bon	correct	très bon
1.2 Brillance	très bonne	moyenne	bonne	très bonne	très bonne
1.3 Aspect/toucher "gras"	non	non	oui	non	non
1.4 Retraction (shrinkage)	4,5/5 très bonne	3/5 faible	3,5/5 faible	4,8/5 bonne	4,8/5 bonne
11. Evaluation des fromages entrobés					
2.1 AVANT OUVERTURE					
2.1.1 Aspect extérieur	correct	correct	correct	correct	correct
2.1.2 Brillance	très bonne	moyenne	très bonne	moyenne	bonne
2.1.3 Souplexesse de la coque	très bonne	faible	bonne	bonne	bonne
2.1.4 Coque hermétique	oui	oui	oui	oui	oui
2.1.5 Evaluation globale	excellent	moyen	bon à moyen	bon à très bon	bon

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

TABLEAU 08

COMPOSITIONS	A1	A3	A2	A4	A5	A6
PROPRIETES						
2.2 APRES OUVERTURE						
2.2.1 Ouverture du ruban	très bien	bien à très bien	bien à très bien	bien à très bien	bien à très bien	moyen
2.2.2 La composition colle au fromage	non	non	non	non	non	non
2.2.3 La composition se détache bien du fromage	oui	oui	oui	oui	oui	oui
2.2.4 On peut séparer deux "demi-coques"	oui	oui	oui	oui	oui	oui
2.2.5 Toucher "gras"	non	non	oui	non	non	non
2.2.6 Epaisseur "coque"	correcte	correcte	correcte	correcte	correcte	correcte
2.2.7 Odeur parasite	non	non	très faible	non	non	non
2.2.8 Effet "pâte à modeler"	bon	moyen	bon	bon	bon	bon
2.2.9 Evaluation globale	très bien à excellent	bien à très bien	très bien	très bien à excellent	bien	bien

TABLEAU 09

	C8	C9	C2	C1	C3	C6'	C5
Evaluation de la composition en plaque avant utilisation							
1.1 Test découpe	bon		très bon	très bon	bon	bon	correct
1.2 Brillance	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne	
1.3 Aspect "gras"	non	non	non	non	réduit	oui	non
1.4 Réfraction	t.bonne	moyen	t.bonne	moyen	faible	t.bonne	moyen
Evaluation des fromages avant ouverture							
2.1.1 Aspect extérieur	correct	correct	correct	correct	correct	correct	correct
2.1.2 Brillance	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne
2.1.3 Soupleesse coque	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne	t.bonne
2.1.4 Coque hermétique	oui	oui	oui	oui	oui	oui	oui
Eval. globale ext.	excellent	excellent	excellent	très bon	bon à TB	bon	
Evaluation des fromages après ouverture							
2.2.1 Ouverture du ruban	très bien	excellent	excellent	excellent	excellent	excellent	excellent
2.2.2 Colle au fromage	non	non	non	non	non	non	non
2.2.3 Se détache bien	oui	oui	oui	oui	oui	oui	oui
2.2.4 On sépare 2 coques	oui	oui	oui	oui	oui	oui	oui
2.2.5 Toucher "gras"	non	non	non	non	très réduit à réduit	oui	non

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

TABLEAU 10

	POIDS AVANT g/m ²	POIDS APRES g/m ²	TEST ENROULAGE Ø 7mm	TEST PLIAGE	TEST ECAILLAGE	TEST FRIGO
PAPIER TYPE F IMPREGNE 1 FACE	60	139	parfait	très bon	bon	bon
PAPIER TYPE F IMPREGNE 2 FACES	60	217	parfait	bon	moyen à bon	bon
PAPIER TYPE G IMPREGNE 1 FACE	90	187	parfait	bon à moyen	bon	bon
PAPIER TYPE G IMPREGNE 2 FACES	90	261	parfait	moyen	moyen à bon	bon
PAPIER TYPE S IMPREGNE 1 FACE	50	143	parfait	bon à moyen	bon	bon
PAPIER TYPE S IMPREGNE 2 FACES	50	256	parfait	moyen	moyen à bon	bon
PAPIER TYPE P IMPREGNE 1 FACE	80	178	parfait à très bon	très bon	bon	bon
PAPIER TYPE P IMPREGNE 2 FACES	80	233	très bon	bon	moyen à bon	bon

Revendications**1. Composition d'enrobage caractérisée en ce qu'elle comprend**

5 de 20 à 80 % en poids de mono-diglycérides d'acides gras et de 3 % à 30 % en poids d'une substance résineuse choisie parmi les esters méthyliques de colophane hydrogénée et désodorisée, la colophane hydrogénée estérifiée au glycérol et désodorisée, et leurs mélanges.

2. Composition d'enrobage selon la revendication 1 caractérisé en ce que lesdits mono-diglycérides d'acides gras sont choisis parmi les produits fabriqués à partir de matières grasses végétales ou animales.**3. Composition d'enrobale caractérisée en ce que lesdits mono-diglycérides d'acides gras sont choisis parmi les produits fabriqués à partir d'acides gras.****4. Composition d'enrobage selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que lesdits acides gras sont choisis parmi l'acide myristique (C14:0), le palmitique (C16:0), le stéarique (C18:0), l'arachidique (C20:0) et le bénénique (C22:0).****5. Composition d'enrobage selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisée en ce qu'elle comprend entre 20 % à 20 50 % en poids desdits mono-diglycérides, et de 25 % à 70 % en poids d'un ou plusieurs glycérides acétylés choisis parmi les monoglycérides acétylés à 50 % et les monoglycérides acétylés à 70 %.****6. Composition d'enrobage selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle contient une association de monoglycérides acétylés à 50 % et de monoglycérides acétylés à 70 % et en ce que le rapport pondéral monoglycérides acétylés à 50 %/monoglycérides acétylés à 70 % est compris entre 0,6 et 5,7 et de préférence entre 1,4 et 3,8.****7. Composition d'enrobage selon l'une des revendications précédentes caractérisée en ce qu'elle contient de plus une ou plusieurs substances choisies parmi la lécithine de soja, l'oléine de palme hydrogénée, l'huile de maïs hydrogénée, l'huile de palmiste hydrogénée, les matières grasses végétales hydrogénées et interesterifiées.****8. Composition d'enrobage selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle contient de 10 % à 36 % en poids de polyisobutylène de poids moléculaire compris entre 10 000 et 95 000 et de préférence entre 50 000 et 80 000.****9. Composition d'enrobage selon l'une des revendications 1-7 caractérisée en ce qu'elle comprend 25 % de monoglycérides d'acides gras, 7 % de monoglycérides acétylés à 70 %, 39 % de monoglycérides acétylés à 50 %, 14 % d'un ester méthylique de colophane hydrogénée et désodorisée et 15 % d'oléine de palme hydrogénée.****10. Composition d'enrobage selon l'une des revendications 1-7 caractérisée en ce qu'elle comprend de 28 à 30 % de mono-diglycérides d'acides gras, de 13 à 15 % de monoglycérides acétylés à 70 %, de 48 à 50 % de monoglycérides acétylés à 50 % et de 5 à 7 % d'un ester méthylique de colophane hydrogénée et désodorisée.****11. Composition d'enrobage selon l'une des revendications 1-7 caractérisée en ce qu'elle comprend 30 % de monoglycérides d'acides gras, 10 % de monoglycérides acétylés à 70 %, 50 % de monoglycérides acétylés à 50 % et 10 % d'un ester méthylique de colophane hydrogénée et désodorisée.****12. Composition d'enrobage selon l'une des revendications 1-7 caractérisée en ce qu'elle comprend 27,6 % de monoglycérides d'acides gras, 8,7 % de monoglycérides acétylés à 70 %, 50 % de monoglycérides acétylés à 50 % et 7,4 % d'un ester méthylique de colophane hydrogénée et désodorisée.****13. Procédé de préparation d'une composition d'enrobage selon l'une des revendications 6 ou 7, caractérisée en ce que les monoglycérides acétylés à 50 % et à 70 % sont pré-mélangés à une température de 50°C - 60°C pour obtenir un pré-mélange liquide, que les mono-diglycérides d'acides gras sont introduits dans une enceinte munie de moyens d'agitation et maintenus à une température de 70°-80°C pendant 25-40 minutes sous agitation, que ledit pré-mélange liquide est introduit dans l'enceinte qui est ensuite maintenue sous agitation à une température de 50°-60°C, que ladite substance résineuse est incorporée progressivement au mélange constitué par ledit pré-mélange et les mono-diglycérides sous agitation jusqu'à obtention d'une composition homogène.**

5 14. Procédé de préparation d'une composition d'enrobage selon la revendication 8, caractérisé en ce que le polyisobutylène est introduit dans une enceinte munie de moyens d'agitation et maintenue à une température supérieure d'environ 15°C au point de goutte Mettler du composant mono-diglycéride choisi ; que les autres composants de la composition d'enrobage sont introduits ensuite, progressivement et sous agitation, dans ledit polyisobutylène de façon à obtenir une composition homogène.

10 15. Procédé selon la revendication 13 ou la revendication 14, caractérisé en ce que ladite composition homogène est refroidie à température ambiante et mise sous une forme choisie parmi les plaques, les écailles et les pastilles.

16. Procédé selon l'une des revendications 13 à 15, caractérisé en ce que ladite enceinte munie de moyens d'agitation est un pétrin à pales en "Z".

17. Utilisation d'une composition d'enrobage selon l'une des revendications 1 à 12 pour l'enrobage d'un produit alimentaire.

18. Utilisation selon la revendication 17, caractérisée en ce que ledit produit alimentaire est un fromage ou une préparation fromagère.

19. Utilisation selon la revendication 17 ou 18, caractérisée en ce qu'une couche d'enrobage est obtenue par trempage dudit produit alimentaire dans ladite composition à l'état fondu.

20 21. Utilisation selon la revendication 17 ou 18, caractérisée en ce qu'une couche d'enrobage est obtenue par aspersion dudit produit alimentaire à l'aide de ladite composition d'enrobage à l'état fondu.

25 22. Utilisation d'une composition d'enrobage selon l'une des revendications 1 à 12 pour la fabrication d'un produit d'emballage en feuilles.

23. Utilisation selon la revendication 22, caractérisée en ce qu'un matériau de support en feuille, choisi parmi les papiers, les cartons, les textiles tissés et non tissés est imprégné au moyen de ladite composition d'enrobage.

30 24. Utilisation d'une composition d'enrobage selon l'une des revendications 1 à 12 pour la protection d'un produit cosmétique.

35 25. Utilisation d'une composition d'enrobage selon l'une des revendications 1 à 12 pour la protection d'un produit pharmaceutique.

40

45

50

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 97 40 1141

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
A	FR 1 215 931 A (A. WINTERBERG) * exemples 6,7 *	1	C09D193/04 C08L93/04 A23P1/08 A23C19/16 A61K9/28
A,D	EP 0 679 337 A (DANISCO) * le document en entier *	1-5	
A,D	EP 0 403 030 A (PARAMELT SYNTAC) * tableaux A-F *	1	
A	EP 0 176 280 A (THE PINKERTON TOBACCO CO) * revendications 1,11; exemple 1 *	1	
A	GB 1 081 312 A (SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ) * revendications 1,6 *	1	
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 8925 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A82, AN 89-184503 XP002027258 & SU 1 426 990 A (AS UKR MATERIAL SCI) , 30 Septembre 1988 * abrégé *	1	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
A	US 4 187 320 A (E. KOCH) * colonne 4; exemples 1-5 *	1	C09D C08L A23P A23C A61K
A	EP 0 242 325 A (WARNER-LAMBERT CO) * revendications 1-15; exemple 1 *	1	
A	US 3 736 281 A (T. RUSSELL) * colonne 2, ligne 29 - ligne 50; revendication 1 *	1	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur	
LA HAYE	3 Septembre 1997	Desmedt, G	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul	T : théorie ou principe à la base de l'invention		
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date		
A : arrêne-plan technologique	D : cite dans la demande		
O : divulgation non-écrite	I : cite pour d'autres raisons		
P : document intercalaire	J : membre de la même famille, document correspondant		

